

DERWENT-ACC-NO: 1988-158981

DERWENT-WEEK: 198823

COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Nickel-iron based alloy for making thin film magnetic head etc. - contains molybdenum, chromium, copper and/or niobium etc.

----- KWIC -----

Basic Abstract Text - ABTX (1):

The Ni-Fe base alloy comprises by wt. 35-85% Ni, 3-15% one or more of Mo, Cr, Cu, and Nb, 1% or less Al, 300 ppm or less Ca and/or Mg, 30 ppm or less (O), 30 ppm or less N, and balance Fe. The alloy may also contain 1% or less Ti.

Title - TIX (1):

Nickel-iron based alloy for making thin film magnetic head etc. - contains molybdenum, chromium, copper and/or niobium etc.

Standard Title Terms - TTX (1):

NICKEL IRON BASED ALLOY THIN FILM MAGNETIC HEAD CONTAIN MOLYBDENUM
CHROMIUM
COPPER NIOBIUM

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-100148

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和63年(1988)5月2日

C 22 C 19/03

E-7518-4K

C 23 C 14/00

8520-4K

14/14

8520-4K

H 01 F 10/14

7354-5E

審査請求 未請求 発明の数 2 (全7頁)

⑮ 発明の名称 蒸着用Ni-Fe基合金

⑯ 特 願 昭61-246217

⑰ 出 願 昭61(1986)10月16日

⑱ 発 明 者 長 島 義 悟 岡山県玉野市八浜町八浜100-12

⑲ 発 明 者 出 川 通 岡山県倉敷市藤戸町天城2465-31

⑳ 出 願 人 三井造船株式会社 東京都中央区築地5丁目6番4号

㉑ 代 理 人 弁理士 重 野 剛

明 細 書

1. 発明の名称

蒸着用Ni-Fe基合金

2. 特許請求の範囲

(1) Ni 35～85重量%、Mo、Cr、Cu及びNbよりなる群から選ばれる1種又は2種以上3～15重量%、Al 1重量%以下、Ca及び/又はMg 300ppm以下、O 30ppm以下、N 30ppm以下を含有し、残部が実質的にFeであることを特徴とする蒸着用Ni-Fe基合金。

(2) Ni 35～85重量%、Mo、Cr、Cu及びNbよりなる群から選ばれる1種又は2種以上3～15重量%、Al 1重量%以下、Ti 1重量%以下、Ca及び/又はMg 300ppm以下、O 30ppm以下、N 30ppm以下を含有し、残部が実質的にFeであることを特徴とする蒸着用Ni-Fe基合金。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は蒸着用Ni-Fe基合金に係り、特にその高透磁率を利用したヘッド材や磁気記録材料の下地材料として用いられる薄膜の製造に好適な蒸着用Ni-Fe基合金に関する。

[従来の技術]

非磁性基板上に磁性合金薄膜を形成した磁気記録材料は周知である。

この磁気記録材料の薄膜を製造する方法としては、スパッタリングや真空蒸着、イオンプレーティング等の蒸着法が広く用いられている。

特にスパッタリング法は、均一な内部組成で一定の合金元素を含んだターゲット材が得られさえすれば、スパッタリング装置内の圧力をコントロールしながら組成的に均一な薄膜を得ることができる点で有利である。

磁性合金薄膜を形成する強磁性合金としては、ニッケル合金、コバルト合金、鉄合金などが従来より用いられているが、これらのうち、Ni-Fe基合金は、透磁率が大きいため種々のものが実用されている。例えばNi-Fe系の35

～90% Ni合金は高い透磁率を有する合金という意味でパーマロイ (Permalloy) と称され、特に70～80% Ni合金はパーマロイ A (PA) と称し、弱磁場で初透磁率 μ_0 、最大透磁率 μ_m が大きい。特に近年は薄膜ヘッドと共に、垂直磁気記録材料の下地材として注目されている。

ところで、パーマロイの大きな透磁率は高温で(約600℃以上)から急冷して得られるので、製品の特性が不均一になりやすい。この欠点を改善するために、Mo、Cr、Cu、Nbなどの元素を加えて規則格子の生成を抑制し、徐冷状態で極めて大きな透磁率が再現性よく得られている。

【発明が解決しようとする問題点】

従来より用いられている磁性合金について種々検討を重ねたところ、酸素、窒素、硫黄、炭素、その他金属酸化物等の介在物が比較的多量に含まれており、得られる薄膜の磁気特性に多大な悪影響をもたらすことが認められた。

【問題点を解決するための手段】

本発明は上記従来の実情に鑑み、不純物含有量

する問題を解決し、高特性磁性薄膜を得るべく、鋭意検討を重ねた結果、蒸着用Ni-Fe基合金中に、特定量のCa及び/又はMgとAlあるいはAl及びTiとを含有させることにより、不純物含有量の少ない合金が得られ、しかもCa及び/又はMgとAl及び/又はTiとによるゲッタ作用により、蒸着雰囲気中のガス成分をも低減し、極めて高純度で高特性の磁性薄膜を得ることができることを見出し、本発明を完成させた。

以下、本発明につき詳細に説明する。

なお、本明細書において、「%」は「重量%」を表すものである。

本発明の蒸着用Ni-Fe基合金は、真空蒸着あるいはスパッタリング、イオンブレーティング等の蒸着用材料として用いられ、磁性薄膜の製造等に利用されるものであって、その組成は、下記の通りである。

Ni : 35～85%

Mo、Cr、Cu及びNbの1種以上 :

3～15%

の少ない高特性磁性薄膜を安定かつ効率的に得ることができる蒸着用Ni-Fe基合金を提供するべくなされたものであって、

Ni 35～85重量%、Mo、Cr、Cu及びNbよりなる群から選ばれる1種又は2種以上3～15重量%、Al 1重量%以下、Ca及び/又はMg 300ppm以下、O 30ppm以下、N 30ppm以下を含有し、残部が実質的にFeであることを特徴とする蒸着用Ni-Fe基合金、

及び

Ni 35～85重量%、Mo、Cr、Cu及びNbよりなる群から選ばれる1種又は2種以上3～15重量%、Al 1重量%以下、Ti 1重量%以下、Ca及び/又はMg 300ppm以下、O 30ppm以下、N 30ppm以下を含有し、残部が実質的にFeであることを特徴とする蒸着用Ni-Fe基合金、

を要旨とするものである。

即ち、本発明者は、蒸着用合金の不純物に起因

Fe : 残部

Al : 1%以下

Ti : 含有せず(第1の発明)あるいは1%以下(第2の発明)

Ca及び/又はMg : 300ppm以下

O : 30ppm以下

N : 30ppm

以下に本発明の合金組成の限定理由について説明する。

本発明の蒸着用Ni-Fe基合金において、Niは35～85%とする。これは、この範囲のNi含有率にて、極めて高い透磁率を得られるためであって、好ましいNi含有率は70～85%、特に78.5%とすることにより、著しく高い透磁率を得られる。

Mo、Cr、Cu、Nbは、前述の如く、透磁率の改善、磁気特性の改善に有効に作用する。しかしながら、その含有量があまりに多過ぎるとNi-Fe基合金の高透磁率特性に悪影響を及ぼすことから、その含有量は3～15%、好ましく

はMo 3~8%、Cr 3~15%、Cu 5~15%、Nb 3~15%とする。

本発明の蒸着用Ni-Fe基合金のNiと上記Mo、Cr、Cu、Nbとの成分比(%)の具体例としては、下記のようなパーマロイC級合金系のものが挙げられる。

1040合金: 72Ni-14Cu-3Mo-Fe

ミューメタル: 77Ni-5Cu-4Mo-Fe

Cr-パーマロイ: 78.5Ni-3.8Cu-Fe

Mo-パーマロイ: 79Ni-4Mo-Fe

スーパーマロイ: 79Ni-5Mo-Fe

ハードバーム: 79Ni-9Nb-Fe

Al及びTiは、合金の溶製を行なう際に、Ca、Mgと共に合金の精浄化に作用し、また蒸着雰囲気中にてガス成分を捕捉するゲッタ作用を有する。ただし、Al、Tiはその量が多過ぎ、合金特性に影響を及ぼす量であっては好

Ca及び/又はMgの含有量は少な過ぎてもCa、Mgによる十分な精浄化作用及びゲッタ作用が現れない。このようなことから、Ca、Mg含有量は、各々、5~100ppmの範囲、好ましくは各々10~50ppmの範囲とするのが好ましい。なお、CaはCaOないしCaO-Al₂O₃の形態では本発明の効果は奏し得ず、同様に、MgはMgOの形態では本発明の効果を奏し得ないことから、合金中のCa、Mgの存在形態は金属Ca、金属Mgであることが重要である。

合金中のO、Nの量が多いと、蒸着に使用した際に、蒸着雰囲気中の真空度を悪化させたり、また良好な蒸着が行なえず、高特性の磁性薄膜が得られない。このため、合金中のO含有量は30ppm以下、好ましくは20ppm以下、N含有量は30ppm以下、好ましくは20ppm以下とする。

なお、本発明において、Si、Mn、P、S等の不純物が合金中に不可避免的に含有されるのは、

ましくなく、このため本発明においては、各々1%以下とする。当然のことながら、Al、Tiは、その量が多過ぎると上記精浄化作用及びゲッタ作用による十分な効果が得られない。本発明においては、Al 0.005~0.5%、あるいは、Al 0.005~0.5%及びTi 0.5%以下、より好ましくはAl 0.05~0.2%、あるいは、Al 0.05~0.2%及びTi 0.2%以下とするのが望ましい。なお、Al又はTiは、固溶Al又は固溶Tiの形態で合金中に存在することにより、本発明の効果を奏するものであるので、Al又はTiの存在形態は固溶状態であることが重要である。

Ca及びMgは前述の如くAl及び/又はTiと共に合金の精浄化に作用し、またゲッタ作用を奏する。Ca及びMgは、その含有量が多過ぎると合金特性に影響を及ぼし、また、金属間化合物の析出により合金を脆くすることがある。このため、本発明においてはCa及び/又はMgの含有量は300ppm以下とする。一方、

特に問題とはならないが、上述したことと同様の理由から、本発明において、合金中の他の不純物はできるだけ少なくするのが良く、例えば、Si含有量は0.1%以下、Mn含有量は0.05%以下、P含有量は50ppm以下、S含有量は10ppm以下とするのが好ましい。

このような本発明の蒸着用Ni-Fe基合金は、例えば、以下に説明する方法に従って製造することができる。

即ち、まず、合金化のためのNi、Fe、Mo、Cr、Cu及びNbの1種以上、Al、場合により更にTiの金属又は合金材料を、内面がCaO質耐火材で構成された容器中で、真空又はアルゴン等の不活性ガス雰囲気等の非酸化性雰囲気にて、常法例えば高周波あるいは低周波誘導加熱法等で加熱して溶解することにより、所望の組成の合金溶湯を得る。

本発明において、用いられる容器の内面を構成するCaO質耐火材としては、カルシア(CaO)、ラルナイト(安定化2CaO・

SiO₂)、メルウィナイト(3CaO・MgO・2SiO₂)、アノルサイト(CaO・Al₂O₃・2SiO₂)ならびにCaOを富化したドロマイト等が挙げられるが、特に、電融カルシアが好適である。

このようなカルシア質炉材は、そのCaO含有率が40%以上、特に60%以上のものが好ましい。

CaOは高融点であると共に、高温で極めて安定であり、溶製にあたり、金属酸化物を生成して溶湯を不純物により汚染することがなく、高清浄な溶湯を得ることが可能とされる。

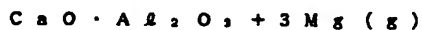
特に、CaO含有量の高いCaO質耐火材で内面が構成された容器を用いた場合には、脱O、脱S、脱介在物等の精錬作用も奏され、極めて有利である。

しかも、溶湯中にAlあるいはAl及びTiが存在するため、溶湯中の脱O、脱Sが行なわれ、これに伴って脱Nも起こる。また、炉壁材のCaOとAlとの反応により溶湯中へのCaの溶

Al₂O₃、特に3CaO・Al₂O₃は溶湯の脱S能が高く、脱Sが良好に進行する。

このように、Alにより脱Oが、またAlの還元作用により生じた活性な3CaO・Al₂O₃、12CaO・7Al₂O₃やCaOにより脱Sが行なわれる。

また、耐火材がCaO-MgO系の容器を用いて溶製を行なった場合、Caと共にMgの溶出も見られ、溶湯中に金属態Mgが残留し、Caと同様に蒸着時にゲッタ作用を奏し、その効果を補完し、更に強力なものとする。即ち、炉壁のMgOは



となり、生じたMgの一部が合金中に残留する。

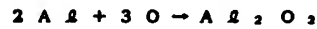
また溶湯中のNは前述のAlとCaOとの反応により生じたCa等の蒸発(沸騰)等に伴って溶湯中から離脱し、溶湯中のN量も低減される。

Tiが加わった場合、Alの作用を補完し、更にAlと同様の作用により脱O、脱S、脱Nを行

出もおこる。即ち、Alは溶湯中のO及び炉壁のCaOと溶湯中のSと反応して



となって生じたOと反応して、

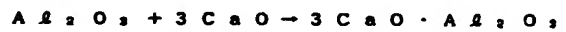


となり、Al₂O₃を生じる。また溶湯中のAlは炉壁のCaOと反応して



となり、これによってもAl₂O₃が生じる。(この場合、生じたCaは、ガスとなって系外に抜けるが、一部が合金中に残留して、本発明の合金のCa含有量を満足させる。)

Al₂O₃は次式の如く炉壁のCaOと反応して、3CaO・Al₂O₃又は12CaO・7Al₂O₃の活性な層が炉壁表面に形成される。



この12CaO・7Al₂O₃及び3CaO・

なう。

従って、内面がCaO質耐火材で構成された容器中で溶製を行なうことにより、本発明の低O、低N含有量のNi-Fe基合金を容易に得ることができる。

ところで、本発明においては、内面がCaO質耐火材で構成された容器中にて溶製する際に、AlあるいはAl及びTiを冷却固化後のAlあるいはAl及びTi残留量が本発明の範囲、即ち、Al1%以下あるいはAl1%以下及びTi1%以下となるように添加するのであるが、溶製に用いる容器の内面を、特にCaO及びMgO(MgO含有率80~15%)のカルシア系耐火物よりなるものとする事により、AlあるいはAl及びTiの添加により、溶湯中へCaだけでなくMgの溶出も認められ、得られる合金中のCa、Mg含有量を容易に本発明の範囲即ち300ppm以下とすることができる。

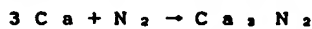
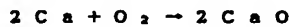
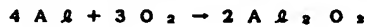
このようにして得られた合金溶湯を、常法に従って非酸化性雰囲気下で鑄造する。

このような方法によれば、Ni 35～85%、Mo、Cr、Cu及びNbよりなる群から選ばれる1種又は2種以上3～15%、Al 1%以下、場合により更にTi 1%以下、Ca及び/又はMg 300ppm以下、O 30ppm以下、N 30ppm以下を含有し、残部が実質的にFeである本発明の蒸着用Ni-Fe基合金を極めて容易に製造することができる。

〔作用〕

本発明の蒸着用Ni-Fe基合金は、O、N含有量が少ないため、高特性の磁性薄膜を得ることができる。

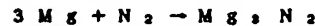
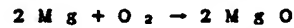
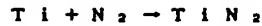
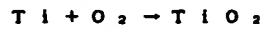
また、本発明の蒸着用Ni-Fe基合金に含有されるAl及びTi、Ca、Mgは、真空蒸着又はスパッタリング等の蒸着雰囲気中にて、



のように反応して、蒸着雰囲気中のガス成分を低下さ

せる、いわゆるゲッタ作用を奏する。

Ti、Mgについても同様にそれぞれAl、Caの作用を下式のように補完して良好なゲッタ作用を奏する。



このため、蒸着時の薄膜形成安定性及び形成速度を向上させると共に、得られる薄膜は高純度で磁気特性が大幅に改善され、高特性薄膜を高生産効率で製造することを可能とする。

〔実施例〕

以下、実施例について説明する。

実施例1

第1表に示す組成のNi-Fe基合金を蒸着用材料として用い、下記仕様のスパッタリング装置にて、直径10cmのガラス基盤上に各3回ずつ薄膜を形成した。なお、基盤加熱温度は150℃とした。

スパッタ電力、アルゴンガス圧を変えて、各蒸着用材料により形成された薄膜の膜厚を調べた結果を、それぞれ第1図、第2図に示す。

第1図、第2図より、本発明の蒸着用Ni-Fe基合金は、パッチごとのバラツキが少なく、均質な上に膜形成効率が高いことが認められる。

実施例2

実施例1で用いたスパッタリング装置及び基盤を用い、第1表のNo. 1～8の蒸着用合金にて、Ar圧又は基板加熱温度を変えて、それぞれ3μm厚さの薄膜を3回ずつ形成して高透磁率薄膜を作成した。なお、スパッタ電圧は500Wで行なった。

得られた高透磁率材料薄膜の保磁率Hcを調べ、基盤加熱温度又はAr圧との関係をそれぞれ第3図、第4図に示す。

第3図及び第4図より、本発明の蒸着用Ni-Fe基合金によれば、極めて保磁率の低い高透磁率な磁性材料がバラツキなく安定して得られることが認められる。また、基盤加熱等の生産上手数

スパッタリング装置仕様

マグネトロンタイプ高周波スパッタリング装置

最大出力：1KW

到達真空度： 10^{-7} torr

ターゲット寸法：100mm(φ)×3mm(t)

第1表
(Ca、Mg、O、Nはppm、他は%) (n.d.:検出できず)

合金No	1	2	3	4	5	6	7	8
Ni	78.8	77.3	79.1	78.8	78.9	78.1	78.9	79.1
Mo	5.1	4.2	—	—	5.2	4.3	—	—
Cr	—	—	—	3.8	—	—	—	—
Cu	—	5.1	—	—	—	4.8	—	—
Nb	—	—	8.7	—	—	—	8.5	—
Fe	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部
Al	0.06	0.08	0.08	0.12	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002
Ti	<0.002	<0.002	0.08	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002
Ca	12	18	25	11	n.d	n.d	n.d	n.d
Mg	n.d	28	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d
O	12	6	13	8	125	79	235	185
N	3	2	3	3	65	42	65	95
備考	実 施 例				比 較 例			

がかかる工程も省略することができ、工業上極めて有利となる。

実施例 3

実施例 2 において、№. 1 及び 2 の合金材料より基盤加熱温度 200℃、Ar 圧 4×10^{-2} torr にて得られた高透磁率材料について、その磁気特性を調べた結果を第 2 表に示す。第 2 表には同時に比較合金 №. 5、6 の値も示した。

第 2 表

合金 №	初 透磁率	最 大 透磁率	保持力 (エール スラッド)	磁束 密度	備 考
1	59000	450000	0.013	9000	実施例
5	36000	210000	0.021	8300	比較例
2	82000	380000	0.015	7800	実施例
6	31000	200000	0.019	7200	比較例

ルゴン圧、スパッタ時間と得られる膜厚との関係を示す。第 3 図及び第 4 図は実施例 2 で得られた結果を示すグラフであって、それぞれ、基盤加熱温度、アルゴン圧と磁気記録材料の保磁率との関係を示す。

代理人 弁理士 重 野 剛

第 2 表より、本発明の蒸着用 Ni-Fe 基合金により得られる高透磁率材料はヒステリシス特性に優れ、透磁率が高く、極めて高特性のものであることが認められる。

〔発明の効果〕

以上詳述した通り、本発明の蒸着用 Ni-Fe 基合金は、O、N 含有量が少ない上に、Al あるいは Al 及び Ti と Ce 及び / 又は Mg によるゲッタ作用により、蒸着雰囲気中のガス成分が大幅に低減される。

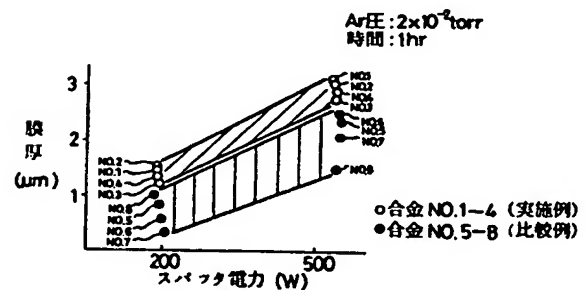
このため、蒸着による膜形成安定性及び膜形成速度が向上されるとともに、得られる薄膜は高純度で極めて磁気特性に優れたものとなる。

従って、本発明の蒸着用 Ni-Fe 基合金によれば、高特性薄膜を高効率で得ることができ、本発明の蒸着用 Ni-Fe 基合金は、高透磁率材料の薄膜製造用蒸着材料として極めて有用である。

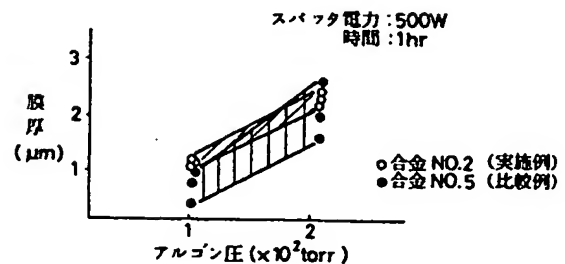
4. 図面の簡単な説明

第 1 図、第 2 図は実施例 1 で得られた結果を示すグラフであって、それぞれ、スパッタ電圧、ア

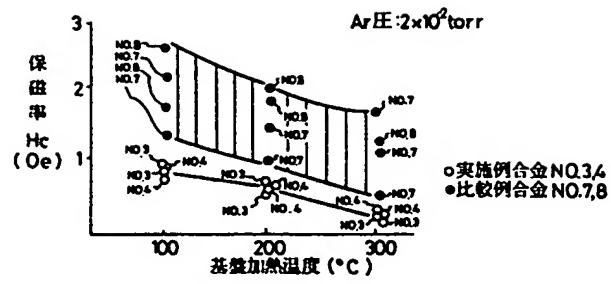
第 1 図



第 2 図



第3図



第4図

